

**(54) PRODUCTION OF FERROMAGNETIC FINE POWDER FOR MAGNETIC RECORDING**

(11) 62-235220 (A) (43) 15.10.1987 (19) JP  
 (21) Appl. No. 61-77405 (22) 3.4.1986  
 (71) ISHIHARA SANGYO KAISHA LTD (72) KAZUO NAKADA(3)  
 (51) Int. Cl. C01G49/00

**PURPOSE:** To obtain barium ferrite crystalline particles which are large in saturated magnetization and have high dispersibility showing excellent vertical degree of orientation by treating alkaline suspension contg. an element such as Ba, Fe, Co and W in the prescribed proportion on the prescribed conditions.

**CONSTITUTION:** Such alkaline suspension is prepared that contains  $1/6 \sim 1/10$  Ba/(Fe+Me) (wherein Me shows one or more kinds of elements selected from among Co, Ti, Ni and Zr, and is  $\leq 0.2\text{mol}$  for  $1\text{mol}$  Fe) and has  $\geq 1.5\text{mol/l}$  concn. of free OH group. A precursory substance of barium ferrite is obtained by heat-treating this suspension at  $60 \sim 120^\circ\text{C}$  temp. Then this substance is calcined at  $650 \sim 950^\circ\text{C}$  temp. to obtain barium ferrite crystalline particles.

**(54) PRODUCTION OF HIGH-PURITY IRON OXIDE**

(11) 62-235221 (A) (43) 15.10.1987 (19) JP  
 (21) Appl. No. 61-76227 (22) 2.4.1986  
 (71) JAPAN METALS & CHEM CO LTD (72) KIYOSHI MATSUURA(3)  
 (51) Int. Cl. C01G49/02

**PURPOSE:** To obtain high-purity iron oxide almost free from the impurities by combining such respective processes as electrolytic purification wherein electrolysis is performed by using iron as an anode and using an  $\text{NH}_4\text{Cl}$  aq. soln. regulated to the prescribed pH as an electrolyte, adsorption, recovery and calcination.

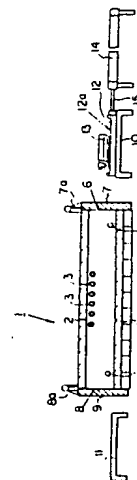
**CONSTITUTION:** An electrolyte of an  $\text{NH}_4\text{Cl}$  aq. soln. regulated to  $5 \sim 6\text{pH}$  is electrolyzed by using iron as an anode and graphite as a cathode.  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  flocks are added to the anolyte obtained in this electrolytic process and after adsorbing  $\text{SiO}_2$  colloidal particles thereto, these are filtered and separated. Then this separated filtrate is made alkaline and after recovering precipitate obtained by subjecting the filtrate to oxidation treatment, this precipitate is calcined.

**(54) PRODUCTION OF HIGH SILICIC ACID GLASS MEMBER AND APPARATUS THEREFOR**

(11) 62-235223 (A) (43) 15.10.1987 (19) JP  
 (21) Appl. No. 61-75531 (22) 3.4.1986  
 (71) TOSHIBA CERAMICS CO LTD (72) HIROYUKI WATABE(1)  
 (51) Int. Cl. C03B20/00, C03B23/02

**PURPOSE:** To obtain a large-sized lamellate glass member which is homogeneous and high viscous by placing a material to be heated that consists of the divided materials of a large-sized high silicic acid glass base material such as a tubular material on a base and heating this in a prescribed furnace.

**CONSTITUTION:** A tubular or a crucible-like large-sized high silicic acid glass base material is divided in the length direction to obtain plural pieces of materials 13 to be heated. These materials 13 to be heated are placed on a base 12 having a smooth surface 12a. Then the base 12 placed with the above-mentioned materials 13 to be heated is introduced into a furnace 1 which is provided with doors 7, 8 for introducing and discharging the base 2, lined with carbon material and provided with introduction ports 4, 5 for nonoxidizing gas. The materials 13 are heated by radiant heat type heaters 3 made of carbon which are arranged to the upper part of the inside of the furnace.



(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **62235223 A**(43) Date of publication of application: **15.10.87**

(51) Int. Cl. **C03B 20/00**  
**C03B 23/02**

(21) Application number: **61075531**(22) Date of filing: **03.04.86**(71) Applicant: **TOSHIBA CERAMICS CO LTD**

(72) Inventor: **WATABE HIROYUKI**  
**HONMA KOICHI**

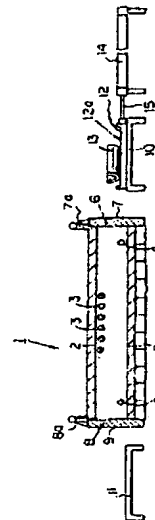
(54) **PRODUCTION OF HIGH SILICIC ACID GLASS**  
**MEMBER AND APPARATUS THEREFOR**

COPYRIGHT: (C)1987,JPO&amp;Japio

(57) Abstract:

**PURPOSE:** To obtain a large-sized lamellate glass member which is homogeneous and high viscous by placing a material to be heated that consists of the divided materials of a large-sized high silicic acid glass base material such as a tubular material on a base and heating this in a prescribed furnace.

**CONSTITUTION:** A tubular or a crucible-like large-sized high silicic acid glass base material is divided in the length direction to obtain plural pieces of materials 13 to be heated. These materials 13 to be heated are placed on a base 12 having a smooth surface 12a. Then the base 12 placed with the above-mentioned materials 13 to be heated is introduced into a furnace 1 which is provided with doors 7, 8 for introducing and discharging the base 2, lined with carbon material and provided with introduction ports 4, 5 for nonoxidizing gas. The materials 13 are heated by radiant heat type heaters 3 made of carbon which are arranged to the upper part of the inside of the furnace.



⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭62-235223

⑮ Int. Cl.<sup>4</sup>C 03 B 20/00  
23/02

識別記号

庁内整理番号

7344-4G  
6674-4G

⑬ 公開 昭和62年(1987)10月15日

審査請求 未請求 発明の数 2 (全5頁)

⑭ 発明の名称 高珪酸ガラス部材の製造方法および製造装置

⑰ 特 願 昭61-75531

⑱ 出 願 昭61(1986)4月3日

⑲ 発 明 者 渡 部 弘 行 山形県西置賜郡小国町大字小国町378 東芝セラミックス株式会社小国製造所内

⑲ 発 明 者 本 間 公 一 山形県西置賜郡小国町大字小国町378 東芝セラミックス株式会社小国製造所内

⑲ 出 願 人 東芝セラミックス株式 東京都新宿区西新宿1-26-2  
会社

⑲ 代 理 人 弁理士 田 辺 徹

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

高珪酸ガラス部材の製造方法  
および製造装置

## 2. 特許請求の範囲

(1) 管状或いは坩堝状の大型高珪酸ガラス母材を長さ方向で分割して複数個の被加熱体とし、該被加熱体を平滑な面上に載置し、上部からヒータの輻射熱で加熱することをも特徴とする高珪酸ガラス部材の製造方法。

(2) 高珪酸ガラスの被加熱体を載置した台の導入・排出用扉を有し、炉内がカーボン材で内張りされ、炉内上部にカーボン製の輻射熱式ヒータを配置し、炉内に非酸化性ガス導入口を有することを特徴とする高珪酸ガラス部材の製造装置。

## 3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

この発明は、たとえばコイル支持板などに使用される大型の高珪酸ガラス部材の製造方法および製造装置に関するものである。

従来の技術

従来、大型高珪酸ガラス板の製造方法は次のとおりである。すなわち、酸水素炎等で上部から高珪酸ガラス原料粉末を少しずつ落下させながら溶融し、ブロック状の高珪酸塊を製造し、その塊をスライスして所定枚数の板を溶接によってはり合わせることで大型高珪酸ガラス板を製造していた。

あるいは、高珪酸ガラスパイプを長さ方向に切断し、酸水素炎で加熱して開き、同様に数枚の板を溶接して大型の高珪酸ガラス板を製造していた。



発明が解決しようとする問題点

前者の従来方法によれば、高珪酸ガラスの熱伝導率が小さいことから、均熱加熱がむずかしく、未溶融部が残ったり、溶融体の粘性のバラツキから形状を維持することができず、大型のブロックを製造することが不可能であった。

また、スライスした板を多数枚溶接するとかなりのコストアップとなること、および、溶接部とその他の部分との強度のバラツキもあった。

一方、後者のパイプを切断し、酸水素炎で加熱して板に開く従来方法では、酸水素バーナによる均一な高温加熱がむずかしく、肉厚のパイプを開くことができず、溶接によって製造した大型の高珪酸ガラス板は肉薄となり、機械的強度が小さく使用に耐えるものではない。

上部からヒータの輻射熱で加熱することを特徴とする高珪酸ガラス部材の製造方法を要旨としている。

第2発明は、高珪酸ガラスの被加熱体を載置した台の導入・排出用扉を有し、炉内がカーボン材で内張りされ、炉内上部にカーボン製の輻射熱式ヒータを配置し、炉内に非酸化性ガス導入口を有することを特徴とする高珪酸ガラス部材の製造装置を要旨としている。

問題点を解決するための手段

第1発明の高珪酸ガラス部材の製造方法は、第1図を参照すると、管状或いは坩堝状の大型高珪酸ガラス母材（図示せず）を長さ方向で分割して複数の被加熱体としての分割体13を作る。この分割体13は、台12の平滑面12a上に載置する。そして、炉1内において上部からヒータ3の輻射熱で加熱する。

第2発明の高珪酸ガラス部材の製造装置は、

また従来の方法では、溶接部に歪が残るため、さらに熱処理を施さなければならなかった。

ところで、半導体工業では年々、ウェハーが大口径化の傾向にあり、その製造装置に使用される部材も大型のものが要求されてきている。このため、高珪酸ガラス板においても例外ではなく、大型で均質、高粘性が要求されている。

発明の目的

この発明は、安価で大型の高珪酸ガラスの部材を大量に供給することができる高珪酸ガラス部材の製造方法および製造装置を提供することを目的としたものである。

発明の要旨

第1発明は、管状或いは坩堝状の高珪酸ガラス母材を長さ方向で分割して複数の被加熱体とし、該被加熱体を平滑な面上に載置し、

第1発明の方法を実施するための装置である。第1図を参照すると、被加熱体としての分割体13を載置した台12の導入・排出用扉を有し、炉1内がカーボン材で内張りされている。この炉1内の上部にカーボン製の輻射熱式ヒータ3が配置してあるとともに、非酸化性ガスの導入口4、5を有している。

なお、この方法と装置では、被加熱体としての分割体を炉内に導入して単結晶育成用ポート類などの石英ガラス部材（高珪酸ガラス部材）をも製造できる。

作 用

台12上の分割体13は、ヒータ3の輻射熱により加熱されて、分割体13の自重によりたれてくる原理により、分割体13は無理なく平滑な板になる。

実施例

以下、この発明の製造装置とその製造方法

を説明する。

第1図はこの発明の製造装置の実施例を示している。

炉1の炉壁2は、全てカーボン材料で作られている。すなわち、炉1の内面全部がカーボンで内張りしてある。炉1内には、その上部に輻射熱式のヒータ3が設けられている。このヒータ3はカーボン製である。

炉壁2には、非酸化性ガスの導入口4、5が設けてある。非酸化性ガスは、たとえば窒素ガスである。この導入口4、5から炉1内に非酸化性ガス好ましくは窒素ガスを常に流し、カーボン製の炉壁2とヒータ3の酸化を抑えるようにしてある。

炉1の前端側には、入口6がある。この入口6には扉7が支持部7aを介して開閉自在に設けてある。また、炉1の後端側には出口8がある。この出口8には扉9が支持部8a

を介して開閉自在に設けてある。この両扉7、9は耐熱レンガで内張りされている。

この炉1の特徴はカーボン材料を使用している炉でありながら、連続炉であることである。炉1は、カーボンの酸化により寿命が短かいと思われるが、実際には窒素ガスの影響で、炉壁2の酸化は、おどろく程微量である。

すなわち、後掲の表-1で示すように、稼動している炉1の炉壁2における酸化消耗深さは、30日経過してもわずかに4、5mm程度である。

炉1の前には支持台10が設置してある。また炉1の後には支持台11が設置してある。支持台10の上にはすでにカーボン製の台12が載せてある。この台12は平滑な面12aを有し、石英ガラス母材の分割体13(被加熱体)が載せてある。高珪酸ガラスとは高純度の珪酸ガラスのことであり、高珪酸ガラ

ス母材として石英ガラス母材を用いている。

分割体13は、大型高珪酸ガラス母材であるルツボ(図示せず)を半分以下の径で長さ方向に切断(好ましくは2分割)したものである。このルツボはたとえば肉厚が20mm~50mmで外径が1000mmでありアーク炎により製造したものである。

支持台10の前にはプッシャー14が設定してある。プッシャー14のロッド15は、支持台10上の台12を押して台12を入口6から炉1内に導入し、処理後に台12を炉1の出口8から排出するようになっている。すなわち、炉1はプッシャー式の炉である。

次に上述した製造装置により大型の石英ガラスの板を製造する方法を説明する。

台12には石英ガラス母材の分割体13を載置してある。扉9は閉めてある。炉1のヒータ3は発熱している。扉7を開け、プッ

シャー14のロッド15を伸長して、台12と分割体13を移動し炉1内に挿入する。ロッド15を収縮して扉7を閉めたあと、ヒータ3の輻射熱により好ましくは1600℃で分割体13を上部から加熱する。

これにより、分割体13は挿入してから約3分で軟化を始め、約20分後には台12の平滑面12aに沿った平滑な大型の石英ガラス板となる。

この大型石英ガラス板ができたら、扉7を開けてプッシャー14のロッド15を伸長しかつ扉9を開けて、台12とともに石英ガラス板を支持台11側に排出する。

平滑な石英ガラス板の製造は、石英ガラスの自重によって、たれてくる原理を応用したもので、無理なく板にすることができる。それ由にこの方法によって、製造された板には、歪が存在しない。

なお、分割体13は高温でカーボン製の台12の平滑面12aに接触するため、SiOガス等が発生する。好ましくは台12の平滑面12aに多数の貫通孔を設けて、SiOガスを平滑面12aと分割体13の間から外部にがすようにすればよい。さらに好ましくはSiOガス等を炉1の外に排気する。

このようにすることで、面12aに分割体13がより密着しやすく平滑な石英ガラス部材が得られる。

また、分割体13を、前処理として、1000℃～1090℃でアニールし、この炉1によって板にすれば、表-2から明らかなように、極端に粘性の高い特性を有する板が製造できる。この原因は、まだ詳しくは解明されていないが、ガラスの構造の変化によるものであろう。

この炉1は、カーボン材料の熱容量の大き

さから、連続炉であっても炉内温度がほぼ一定になる。

第2図を参照すると、台12と分割体13の挿入、排出がくり返されても、炉内温度が1550℃以下に下がるようなことはない。このため分割体13を効率よく加熱できる。

なお、大型珪酸ガラス母材は坩堝状(ルツボ状)でも管状でもよい。

ところでこの発明の製造方法と装置は、大型の高珪酸ガラス板の製造だけでなく、極端にOH基が少ない石英ガラス部材を製造する手段としても応用できる。たとえば、各種半導体化合物の引上げ、又は熱処理用部材は、高粘性でかつOH基のない石英ガラス部材を必要としている。

そこでアーク炎で管状又は坩堝状の高珪酸ガラス(石英ガラス)母材をたとえば2分割して被加熱体(分割体)を作り、アニール処

理する。その後被加熱体を台12の平滑面12aにのせて炉内に導入し、カーボン製のヒータを上部に配置した炉の中で加熱しながらプレス成型することによって、粘性が高く、OH含有量が少ない石英ガラス部材を製造することができる。特に、GaAsやGaP等の単結晶育成用ポート類などとして使用する石英ガラス部材の製造に適している。

この発明は上述した実施例に限定されない。

#### 発明の効果

この発明の製造方法及び製造装置によれば、管状或いは坩堝状の大型高珪酸ガラス母材から均質で高粘性の大型の高珪酸ガラスの部材(板)を大量かつ安価に供給することができる。しかもこの部材は肉厚を大きくでき機械的強度が大きい。

また、この発明の製造方法及び製造装置によれば、高珪酸ガラス母材から単結晶育成用

ポート類などとして使用する高珪酸ガラス部材(石英ガラス部材)を製造できる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図はこの発明の製造装置を示す図、第2図は炉内温度の変化を示すグラフである。

- 1…炉
- 2…炉壁
- 3…ヒータ
- 4, 5…非酸化性ガスの導入口
- 7, 8…扉
- 13…分割体
- 14…プッシャー

代理人 弁理士 田辺 徹

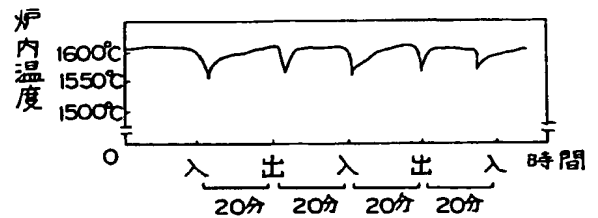


表 - 1

日数	5	10	20	30
酸化消耗深さ	1mm	2mm	3.5mm	4.5mm

表 - 2

前処理 温度	1300℃	1350℃	1400℃
アニール なし	$9.84 \times 10^3$ ボイズ	$2.64 \times 10^3$ ボイズ	$7.70 \times 10^3$ ボイズ
アニール あり	$2.67 \times 10^3$ ボイズ	$5.92 \times 10^3$ ボイズ	$1.43 \times 10^3$ ボイズ



第 1 図

